

(19) BUNDESREPUBLIK  
DEUTSCHLAND



DEUTSCHES  
PATENTAMT

(12) Offenlegungsschrift  
(11) DE 3803014 A1

(21) Aktenzeichen: P 38 03 014.4  
(22) Anmeldetag: 2. 2. 88  
(23) Offenlegungstag: 10. 8. 89

(51) Int. Cl. 4:  
**C23C 14/34**  
H 01 B 3/02  
G 02 B 1/00  
H 01 L 21/56  
H 01 L 21/314  
G 11 B 5/84  
G 11 B 13/04  
G 11 B 5/72  
// H01B 17/62,  
G02B 6/10,6/12

DE 3803014 A1

(21) Anmelder:  
BASF AG, 6700 Ludwigshafen, DE

(22) Erfinder:  
Steininger, Helmut, Dr., 6520 Worms, DE

(54) Verfahren zur Herstellung einer dünnen röntgenamorphen Aluminiumnitrid- oder Aluminiumsiliciumnitrid-Schicht auf einer Oberfläche

Verfahren zur Herstellung einer dünnen röntgenamorphen Aluminiumnitrid- oder Aluminiumsiliciumnitrid-Schicht auf einer Oberfläche durch reaktive Kathodenzerstäubung oder reaktive Magnetronkathodenzerstäubung von Aluminium oder von Aluminium und Silicium im Vakuum in einer Edelgas und Stickstoff enthaltenden Prozeßgasatmosphäre und durch Abscheiden der betreffenden Nitridschicht aus der Gasphase, bei welchem man  
(a) als Edelgas Xenon, Neon oder Krypton oder alternativ  
(b) ein Gemisch von Xenon mit Neon und/oder Krypton oder von Neon mit Krypton verwendet, wobei  
(c) das Volumenverhältnis des Edelgases (a) oder des Edelgasgemisches (b) zu Stickstoff bei 2 : 1 bis 10 : 1 liegt.

DE 3803014 A1

## Beschreibung

Die vorliegende Erfindung betrifft ein neues, verbessertes Verfahren zur Herstellung einer dünnen röntgenamorphen Aluminiumnitrid- oder Aluminiumsiliciumnitrid-Schicht auf einer Oberfläche durch reaktive Kathodenzerstäubung oder reaktive Magnetronkathodenzerstäubung von Aluminium oder von Aluminium und Silicium im Vakuum in einer Edelgas und Stickstoff enthaltenden Prozeßgasatmosphäre und durch Abscheiden der betreffenden Nitridschicht aus der Gasphase.

Bei der reaktiven Kathodenzerstäubung ("reactive sputtering") wird bekanntermaßen das Material einer Kathode ("target") durch Beschuß mit Argonionen in die Gasphase überführt, d. h. das Kathodenmaterial wird zerstäubt. Dem in dieser Weise resultierenden Prozeßgas werden reaktive gasförmige Komponenten, wie etwa Sauerstoff oder Stickstoff zugemischt, welche zusammen mit dem zerstäubten Kathodenmaterial auf der zu beschichtenden Oberfläche als dünne Oxid- oder Nitrid-Schicht abgeschieden werden. Bei der reaktiven Magnetronkathodenzerstäubung ("reactive magnetron sputtering") befindet sich das "target" bekanntermaßen in einem Magnetfeld. Durch die Variation von Verfahrensparametern, wie Zerstäubungs- und Abscheiderate sowie Prozeßgasdruck und -zusammensetzung können dünne Schichten unterschiedlicher Zusammensetzung und/oder unterschiedlicher Morphologie erzeugt werden.

Verfahren zur Herstellung dünner polykristalliner oder semiamorpher Aluminiumnitrid- oder röntgenamorpher Aluminiumsiliciumnitrid-Schichten sind bekannt.

So geht aus der EP-A 02 33 062 ein Verfahren zur Herstellung einer dünnen röntgenamorphen Aluminiumsiliciumnitrid-Schicht hervor, bei welchem man

- (i) ein "target" aus  $\text{Si}_{40}\text{Al}_{60}$  und als Prozeßgas Argon und Stickstoff im Volumenverhältnis von 1,5 : 1 oder alternativ
- (ii) ein "target" aus  $\text{Si}_{80}\text{Al}_{20}$  und als Prozeßgas Argon und Stickstoff im Volumenverhältnis von 4 : 1

verwendet.

Wie aus der Seite 7, Zeilen 58 bis 62, dieser Offenlegungsschrift hervorgeht, können in dieser Weise nur polykristalline Nitridschichten hergestellt werden.

Weitere Verfahren zur Herstellung dünner Aluminiumnitrid- oder Aluminiumsiliciumnitrid-Schichten sind bekannt. All diese bekannten Verfahren verwenden als Prozeßgas Stickstoff oder ein Gemisch aus Argon und Stickstoff, wobei gegebenenfalls Wasserstoff mitverwendet werden kann.

Die bislang bekannten Verfahren zur Herstellung dünner Aluminiumnitrid- oder Aluminiumsiliciumnitrid-Schichten weisen Nachteile auf. So läßt sich das bekannte Verfahren zur Herstellung dünner röntgenamorpher Aluminiumsiliciumnitrid-Schichten nachgewiesenermaßen nicht auf Aluminiumnitrid übertragen. Außerdem liefern die bislang bekannten Verfahren zur Herstellung dünner Aluminiumnitrid-Schichten polykristalline Schichten, wobei die Orientierung der Kristallite zudem noch in hohem Maße von der Natur der Oberfläche, auf welcher sie aufgebracht werden, abhängig ist. Zwar kann man im gewissen Umfang die Orientierung der Kristallite (c-Achse senkrecht oder parallel zur Oberfläche) durch die Zugabe von Wasserstoff zum jeweils verwendeten Prozeßgas Stickstoff oder Argon plus Stickstoff ändern, indessen resultiert dies nicht in röntgenamorphen Aluminiumnitrid-Schichten.

Es ist aus vielen Bereichen der Technik bekannt, daß röntgenamorphe Schichten ganz allgemein einen besseren Korrosionsschutz bieten, als polykristalline, weil in den röntgenamorphen Schichten die Korngrenzdiffusion korrosiver Stoffe und/oder die Zerstörung der Schichten via Korngrenzkorrosion nicht auftritt. Es besteht daher allgemein ein großer Bedarf an Verfahren, mit deren Hilfe sich röntgenamorphe Schichten in einfacher und zuverlässiger Weise herstellen lassen.

Dieser Bedarf konnte bislang im Falle von Aluminiumnitrid- und Aluminiumsiliciumnitrid-Schichten entweder gar nicht oder nicht in der von der Praxis geforderten Weise gedeckt werden. Dies stellt insbesondere bei der Anwendung der bekannten Verfahren im Rahmen der Herstellung flächenförmiger, mehrschichtiger magneto-optischer Aufzeichnungsmaterialien einen besonders schwerwiegenden Nachteil dar. Denn gerade auf diesem technischen Gebiet ist der zuverlässige und lang anhaltende Schutz der höchst luft- und wasserempfindlichen magneto-optischen Aufzeichnungsschichten (B) vor Korrosion ein vordringliches Problem, welches indes durch die nach den bekannten Verfahren erzeugten Aluminiumnitrid- oder Aluminiumsiliciumnitrid-Schichten noch nicht zur Gänze gelöst werden konnte.

Aufgabe der vorliegenden Erfindung ist es, ein neues, verbessertes Verfahren zur Herstellung einer dünnen röntgenamorphen Aluminiumnitrid- oder Aluminiumsiliciumnitrid-Schicht auf einer Oberfläche zu finden, bei welchem man Aluminium oder Aluminium und Silicium im Vakuum in einer Edelgas und Stickstoff enthaltenden Prozeßgasatmosphäre der reaktiven Kathodenzerstäubung oder der reaktiven Magnetronkathodenzerstäubung unterwirft und welches die Nachteile des Standes der Technik nicht mehr länger aufweist, sondern welches in zuverlässiger und einfacher Weise dünne röntgenamorphe Aluminiumnitrid- und Aluminiumsiliciumnitrid-Schichten liefert, die ein vorzügliches Eigenschaftsprofil aufweisen.

Demgemäß wurde ein Verfahren zur Herstellung einer dünnen röntgenamorphen Aluminiumnitrid- oder Aluminiumsiliciumnitrid-Schicht auf einer Oberfläche durch reaktive Kathodenzerstäubung oder reaktive Magnetronkathodenzerstäubung von Aluminium oder von Aluminium und Silicium im Vakuum in einer Edelgas und Stickstoff enthaltenden Prozeßgasatmosphäre und durch Abscheiden der betreffenden Nitridschicht aus der Gasphase gefunden, welches dadurch gekennzeichnet ist, daß man hierbei als Edelgas Xenon, Neon oder Krypton oder alternativ

- (a) ein Gemisch von Xenon mit Neon und/oder Krypton oder von Neon mit

# OS 38 03 014

(b) Krypton verwendet, wobei  
(c) das Volumenverhältnis des Edelgases (a) oder des Edelgasgemischs (b) zu Stickstoff bei 2 : 1 bis 10 : 1 liegt.

Im folgenden wird das Verfahren zur Herstellung einer dünnen röntgenamorphen Aluminiumnitrid- oder Aluminiumsiliciumnitrid-Schicht auf einer Oberfläche der Kürze halber als "erfindungsgemäßes Verfahren" bezeichnet.

Das erfindungsgemäße Verfahren weist apparativ keine Besonderheiten auf, sondern es wird in den üblichen und bekannten Anlagen für die reaktive (Magnetron) Kathodenzerstäubung durchgeführt. Diese Anlagen bestehen im wesentlichen aus mindestens einer Hochvakuumkammer, welche die üblichen und bekannten

- Schleusen zum Ein- und Ausbringen der zu beschichtenden bzw. der beschichteten Materialien,
- Vorrichtungen zum Drehen der zu beschichtenden Materialien,
- Anschlüsse an elektrische Strom- und Spannungsquellen,
- Heiz- und Kühlleinrichtungen,
- Kathoden und Anoden der geeigneten Form,
- gegebenenfalls starke Magnete,
- geeignete Energiequellen für das Erzeugen von Ionen,
- Vakuumanschlüsse sowie
- die entsprechenden üblichen und bekannten elektronischen und mechanischen Meß- und Regeleinrichtungen

aufweist.

In diese Anlagen werden "targets" eingebracht und auf der Kathode plaziert. Bei den "targets" handelt es sich üblicherweise um Scheiben oder Platten aus Aluminium, Aluminium und Silicium oder aus Aluminium-Silicium-Legierungen.

Die zu beschichtenden Materialien werden gleichfalls in die Anlagen eingebracht. Die Materialien können von unterschiedlichster Form und Zusammensetzung sein. So können beispielsweise Silicium- oder andere Halbleiter-Plättchen ("wafer"), Glas, Polymerfilme, Metallschichten, Farbstoffschichten usw. verwendet werden.

Nach dem Einbringen der "targets" und der zu beschichtenden Materialien werden die Anlagen evakuiert ( $10^{-5}$  bis  $10^{-6}$  mbar). Gegebenenfalls schließt sich hieran eine Vorbehandlung der "targets" und der zu beschichtenden Oberfläche der Materialien an, wie etwa ein Vorzerstäuben und Abscheiden von Aluminium und/oder Silicium auf der betreffenden Oberfläche in der Gegenwart von Argon.

Nach dieser Vorbereitung der (Magnetron-)Kathodenzerstäubungsanlage wird das erfindungsgemäße Verfahren durchgeführt.

Bei dem erfindungsgemäßen Verfahren wird das Aluminium- oder das Aluminiumsilicium-"target" zerstäubt. Hierbei enthält die Prozeßgasatmosphäre ein Gemisch von Stickstoff mit

- Xenon, Neon oder Krypton,
- Xenon und Neon,
- Xenon und Krypton,
- Neon und Krypton oder mit
- Xenon, Neon und Krypton.

Erfindungsgemäß liegt das Volumenverhältnis (c) des Edelgases (a) oder des Edelgasgemischs (b) zu Stickstoff bei 2 : 1 bis 10 : 1. Bei der Verwendung von Volumenverhältnissen (b) innerhalb dieses Bereiches werden vorteilhafte, dünne röntgenamorphe Aluminiumnitrid- und Siliciumnitrid-Schicht erhalten. Es empfiehlt sich nicht, Volumenverhältnisse (c) von kleiner als 2 : 1, d. h. vergleichsweise größere Stickstoffmengen, anzuwenden, weil hierdurch oftmals polykristalline oder semiamorphe Schichten anstelle der gewünschten amorphen Schichten resultieren und die Abscheideraten der Nitridschichten soweit abgesenkt werden, daß sie den Anforderungen der betrieblichen Praxis nicht mehr genügen, sondern nur noch in speziellen Fällen vertretbar sind. Andererseits soll das Volumenverhältnis (c) den Wert von 10 : 1 nicht überschreiten, weil hierbei einerseits nur noch eine vergleichsweise geringe Steigerung des Verfahrenserfolgs resultiert und andererseits die abgeschiedenen Schichten zu wenig Stickstoff enthalten. Erfindungsgemäß von Vorteil ist ein Volumenverhältnis zwischen 3,5 : 1 und 6,5 : 1, wobei der Bereich von 4 : 1 bis 6 : 1 von besonderem Vorteil ist, weil innerhalb dessen das Volumenverhältnis (c) mit besonderem Vorteil variiert und den übrigen Verfahrensparametern angepaßt werden kann.

Wird bei dem erfindungsgemäßen Verfahren anstelle des Edelgases (a) ein Gemisch (b) von Xenon mit Neon und/oder Krypton verwendet, so liegt das Volumenverhältnis von Xenon zu den anderen Edelgasen vorteilhafterweise bei 2 : 1. Von besonderem Vorteil sind bei der gemeinsamen Verwendung der Edelgase Xenon und Neon und/oder Krypton, Volumenverhältnisse zwischen 3 : 1 und 100 : 1, vorzugsweise 3,5 : 1 und 80 : 1, insbesondere 4 : 1 und 50 : 1, wobei die Volumenverhältnisse zwischen 4 : 1 und 50 : 1 hervorzuheben sind, weil bei der Anwendung dieser Volumenverhältnisse besonders vorteilhafte Aluminiumnitrid- und Aluminiumsiliciumnitrid-Schichten erhalten werden. Innerhalb dieses Bereichs können deshalb die Volumenverhältnisse mit besonderem Vorteil variiert und den übrigen Verfahrensparametern angepaßt werden.

Bekanntmaßen werden bei der (Magnetron-)Kathodenzerstäubung Abscheideraten von etwa 0,5 bis 2 nm : s<sup>-1</sup> angewandt. Diese Abscheideraten sind auch im Falle des erfindungsgemäßen Verfahrens geeignet.

Bekanntmaßen liegt die Kathodenleistung P bei der (Magnetron-)Kathodenzerstäubung bei P=0,1 bis 10 kW, vorzugsweise 0,5 bis 8, vorteilhafterweise 0,6 bis 5 und insbesondere 0,8 bis 2,5 kW. Die Kathodenleistung

P wird auch bei dem erfindungsgemäßen Verfahren angewandt.

Üblicherweise steht die Prozeßgasatmosphäre bei der (Magnetron-)Kathodenzerstäubung unter einem sehr niedrigen Druck. Dieser Druck liegt im allgemeinen bei insgesamt  $10^{-4}$  bis  $5 \cdot 10^{-3}$  mbar, d. h. die Prozeßgasatmosphäre ist im üblichen Sinne ein Vakuum, dessen Restgaszusammensetzung allerdings sehr exakt eingestellt wird. Auch bei dem erfindungsgemäßen Verfahren steht die erfindungsgemäß zu verwendende Prozeßgasatmosphäre unter diesem Druck.

Das Prozeßgas des erfindungsgemäßen Verfahrens kann Wasserstoff enthalten, weil in vielen Fällen die Anwesenheit des Wasserstoffs den Verfahrenserfolg weiter verbessert. Sofern Wasserstoff mitverwendet wird, liegt das Volumenverhältnis (d) von Stickstoff zu Wasserstoff bei 2 : 1 bis 20 : 1. Dieses Verhältnis stellt einen optimalen Bereich dar, innerhalb dessen der Wasserstoffgehalt frei gewählt und den übrigen Verfahrensparametern in geeigneter Weise angepaßt werden kann.

Die Auswahl der Verfahrensparameter des erfindungsgemäßen Verfahrens erfolgt aus den vorstehend angegebenen erfindungsgemäß obligatorischen Bereichen für die Volumenverhältnisse der erfindungsgemäß zu verwendenden Prozeßgase. Darüber hinaus können die Verfahrensparameter aus den vorstehend angegebenen fakultativen Bereichen für das Volumenverhältnis (d) von Stickstoff zu Wasserstoff, für die Abscheiderate, für die Kathodenleistung P und für den Prozeßgasdruck ausgewählt werden. Es ist von Vorteil, wenn all diese Parameter aus den angegebenen Bereichen ausgewählt werden.

In gewissem Umfang richtet sich die engere Auswahl der Verfahrensparameter, d. h. der Verfahrensbedingungen, nach der Natur der Oberfläche, auf welcher die dünnen röntgenamorphen Aluminiumnitrid- und Aluminiumsiliciumnitrid-Schichten abgeschieden werden. Diese engere Auswahl kann anhand einfacher Vorversuche getroffen werden.

Beispiele geeigneter Verfahrensbedingungen oder Kombinationen von Verfahrensparametern, welche sich bei zahlreichen unterschiedlichen Oberflächen bewähren und aufgrund derer vorteilhafte, dünne röntgenamorphe Aluminiumnitrid- und Aluminiumsiliciumnitrid-Schichten erhalten werden, sind:

- 25 I.  $10^{-3}$  mbar Xenon,  $2 \cdot 10^{-4}$  mbar N<sub>2</sub>, Abscheiderate:  $1 \text{ nm} \cdot \text{s}^{-1}$ , P = 1 kW;
- II.  $10^{-3}$  mbar Xenon,  $4 \cdot 10^{-4}$  mbar Neon,  $2 \cdot 10^{-4}$  mbar N<sub>2</sub>,  $8 \cdot 10^{-5}$  H<sub>2</sub>, Abscheiderate:  $1,3 \text{ nm} \cdot \text{s}^{-1}$ , P = 1,3 kW;
- III.  $10^{-3}$  mbar Xenon,  $5 \cdot 10^{-4}$  mbar Krypton,  $2,5 \cdot 10^{-4}$  mbar N<sub>2</sub>, Abscheiderate:  $0,9 \text{ nm} \cdot \text{s}^{-1}$ , P = 1,1 kW;
- IV.  $2 \cdot 10^{-3}$  mbar Xenon,  $2 \cdot 10^{-4}$  mbar Neon,  $2 \cdot 10^{-4}$  mbar Krypton,  $3 \cdot 10^{-4}$  mbar N<sub>2</sub>, Abscheiderate:  $1,1 \text{ nm} \cdot \text{s}^{-1}$ , P = 1,4 kW;
- V.  $2 \cdot 10^{-3}$  mbar Xenon,  $10^{-4}$  mbar Neon,  $10^{-4}$  mbar Krypton,  $4,2 \cdot 10^{-4}$  mbar N<sub>2</sub>,  $4,2 \cdot 10^{-5}$  mbar H<sub>2</sub>, Abscheiderate:  $1,5 \text{ nm} \cdot \text{s}^{-1}$ , P = 1,5 kW;
- VI.  $10^{-3}$  mbar Krypton,  $2 \cdot 10^{-4}$  mbar N<sub>2</sub>,  $1,6 \cdot 10^{-5}$  mbar H<sub>2</sub>, Abscheiderate:  $1,4 \text{ nm} \cdot \text{s}^{-1}$ , P = 1,5 kW; oder
- VII.  $10^{-3}$  mbar Krypton,  $10^{-3}$  mbar Neon,  $4,7 \cdot 10^{-4}$  mbar H<sub>2</sub>, Abscheiderate:  $1,6 \text{ nm} \cdot \text{s}^{-1}$ , P = 1,6 kW.

Das erfindungsgemäße Verfahren weist zahlreiche besondere Vorteile auf.

40 So lassen sich mit Hilfe des erfindungsgemäßen Verfahrens dünne röntgenamorphe Aluminiumnitrid- oder Aluminiumsiliciumnitrid-Schichten auf den unterschiedlichsten Oberflächen wie etwa denen von Halbleiterplättchen ("wafer"), Glas, Polymeren, Metallschichten oder Farbstoffschichten herstellen. Hierbei erweist sich das erfindungsgemäße Verfahren dann als besonders vorteilhaft, wenn hiermit dünne röntgenamorphe Aluminiumnitrid- oder Aluminiumsiliciumnitrid-Schichten, d. h. Schichten einer Dicke von 0,1 bis 1000 nm, erzeugt werden.

45 Die in erfindungsgemäßer Verfahrensweise hergestellten Schichten weisen vorzügliche anwendungstechnische Eigenschaften auf, so daß sie z. B. als elektrische Isolierschichten, als Lichtwellenleiter, als Leiter akustischer Wellen, als Schutzschichten für integrierte Schaltkreise ("micro-chips") oder als Interferenz- und/oder als Schutzschichten in flächenförmigen, mehrschichtigen laseroptischen und magneto-optischen Aufzeichnungsmaterialien mit wasser- und luftempfindlichen Aufzeichnungsschichten verwendet werden können.

50 Gerade auf dem technischen Gebiet der flächenförmigen, mehrschichtigen laseroptischen und magneto-optischen Aufzeichnungsmaterialien treten die Vorteile des erfindungsgemäßen Verfahrens offen zu Tage: So sind nicht nur die hiermit erhaltenen Verfahrensprodukte vorzüglich für die genannten Verwendungszwecke geeignet, sondern das erfindungsgemäße Verfahren selbst läßt sich rationell in das Verfahren zur Herstellung dieser Aufzeichnungsmaterialien integrieren.

55 Flächenförmige, mehrschichtige laseroptische und magneto-optische Aufzeichnungsmaterialien, welche im allgemeinen einen optisch transparenten dimensionsstabilen Träger (A) und eine thermisch veränderbare Aufzeichnungsschicht (B) enthalten, sind bekannt.

Dabei umfaßt der Begriff "flächenförmig" alle Raumformen, deren Dicke erheblich kleiner ist als ihre Länge und Breite. Demnach kann es sich hier um band-, platten- oder scheibenförmige Aufzeichnungsmaterialien handeln, wobei die scheibenförmigen im allgemeinen auch als Datenplatten oder Disks bezeichnet werden.

60 In die Aufzeichnungsschichten (B) laseroptischer Aufzeichnungsmaterialien werden digitale Daten mit Hilfe impulsmodulierter Schreiblaserstrahlen in Form thermisch veränderter Bereiche eingeschrieben. Dabei sind die Schreiblaserstrahlen auf die Aufzeichnungsschichten (B) fokussiert und/oder treffen senkrecht auf sie auf. Für das Einschreiben analoger Daten können auch Dauerstrichlaser angewendet werden. Im Falle eingeschriebener digitaler Daten haben die thermisch veränderten Bereiche der Aufzeichnungsschichten (B) eine runde oder elliptische Grundfläche. Im Falle analoger Daten sind die thermisch veränderten Bereiche von beliebiger Grundfläche.

Für das Lesen der Daten verwendet man im allgemeinen kontinuierlich emittierte Leselaserstrahlen (Dauer-

strichlaserstrahlen), deren Energie nicht dazu ausreicht, weitere Veränderungen in den Aufzeichnungsschichten (B) hervorzuführen. Die Leselaserstrahlen sind dabei gleichfalls auf die Aufzeichnungsschichten (B) fokussiert und/oder treffen senkrecht auf diese auf. Beim Lesevorgang wird im allgemeinen das von den Aufzeichnungsschichten (B) reflektierte Licht mit Hilfe geeigneter optischer Anordnungen erfaßt, üblichen und bekannten Detektoren zugeführt und durch geeignete elektronische Apparate in Signale umgewandelt.

Diese Schreib- und Leseverfahren sowie die entsprechenden hierfür geeigneten Aufzeichnungsmaterialien kennzeichnet man daher im allgemeinen mit dem Begriff "laseroptisch".

Dabei können die thermisch veränderten Bereiche der Aufzeichnungsschichten (B) die Form von Löchern haben, welche die Aufzeichnungsschicht ganz durchdringen. In diesem Fall spricht man allgemein vom ablativen laseroptischen Schreiben von Daten. Beim Lesen der Daten mit einem Leselaserstrahl wird die unterschiedliche Reflektivität der Löcher und der unveränderten Bereiche der Aufzeichnungsschicht (B) ausgenutzt. Um hierbei eine hohe Empfindlichkeit und ein hohes Signal-Rausch-Verhältnis zu erzielen, kann eine Reflektorschicht mitverwendet werden, die durch die Lochbildung freigelegt wird und den Leselaserstrahl besonders stark reflektiert.

Die thermisch veränderten Bereiche können auch die Form von Kratern ("pits") haben, welche gegebenenfalls einen sauber ausgebildeten Kraterrand ("wall") aufweisen. In diesem Falle spricht man vom deformativen laseroptischen Schreiben von Daten. Hierbei werden die Daten über die Beugung des Lichts des Leselaserstrahls an den Kratern ausgelesen.

Durch die thermische Veränderung können indes auch Bereiche entstehen, in denen keine Ablation oder Deformation, sondern eine Phasenumwandlung des Materials der Aufzeichnungsschicht in eine andere Stoffmodifikation stattgefunden hat. In einem solchen Falle spricht man vom laseroptischen Schreiben von Daten durch Phasenumwandlung. Im allgemeinen wird durch die Phasenumwandlung die Reflektivität in den beschriebenen Bereichen erniedrigt und/oder die Lichtdurchlässigkeit erhöht. Indessen kann es unter Umständen auch zum gegenteiligen Effekt kommen, d. h. die Reflektivität wird erhöht und/oder die Lichtdurchlässigkeit erniedrigt. Im allgemeinen werden die in dieser Weise thermisch veränderten Bereiche als Flecke ("spots") bezeichnet.

Die Aufzeichnungsschichten (B) können indes auch mit Schichten unterlegt sein, welche sich beim Bestrahlen ausdehnen oder Gase entwickeln, wodurch die Aufzeichnungsschichten (B) lokal gedeht werden. In dieser Weise bilden sich in der Oberfläche der Aufzeichnungsschichten (B) Reliefstrukturen aus, welche die eingeschriebenen Daten beinhalten.

Die Gase können aber auch in den Aufzeichnungsschichten (B) selbst unter Bildung kleiner lichtstreuender Bläschen freigesetzt werden. Dies nennt man im allgemeinen vesikulare Datenaufzeichnung.

Außerdem kann in den thermisch veränderten Bereichen eine chemische Reaktion eines Bestandteils oder eine chemische Reaktion zwischen mehreren Bestandteilen der Aufzeichnungsschichten (B) stattgefunden haben, wodurch die optischen Eigenschaften der Aufzeichnungsschichten (B) in diesen Bereichen geändert worden sind.

Eine lokale Erhöhung der Reflexion von Aufzeichnungsschichten (B) beim Bestrahlen kann aber auch über die Vergrößerung oder das Zusammenschmelzen von kleinen Partikeln zustandekommen. Diese kleinen Partikeln, beispielsweise Goldkörnchen, können dabei in eine Matrix eingelagert sein. Es kann sich dabei aber auch um metallbedampfte Kunststoffkügelchen handeln. Aufzeichnungsschichten (B), welche aus diesen Kügelchen bestehen, weisen eine überaus niedrige Grundreflektivität auf.

Eine besonders vorteilhafte Aufzeichnungsschicht (B), welche sich insbesondere für das ablative oder deformative Schreiben von Daten eignet, besteht bekanntermaßen aus dem höchst wasser- und luftempfindlichen Tellur. Die dünnen röntgenamorphen Aluminiumnitrid- oder Aluminiumsiliciumnitrid-Schichten, welche nach dem erfundungsgemäßen Verfahren auf der Tellurschicht (B) aufgebracht werden, schützen die Tellurschicht (B) hervorragend vor Korrosion, verlängern ihre Lebensdauer und verbessern ihr Signal-Rausch-Verhältnis.

Nicht zuletzt können die thermisch veränderten Bereiche in Aufzeichnungsschichten (B), welche aus senkrecht zu ihrer Oberfläche magnetisierten, amorphen ferrimagnetischen Schichten bestehen, die Form von Flecken ("spots") haben, welche eine der ursprünglichen Richtung entgegengesetzte Magnetisierungsrichtung aufweisen. Diese "spots" entstehen beim Erwärmen des ferrimagnetischen Materials dieser Schichten durch einen Laserstrahl unter dem Einfluß eines anliegenden (externen) magnetischen Hilfsfeldes oder eines der Aufzeichnungsschicht (B) immanenten (intrinsischen) Magnetfeldes: Durch die Erwärmung nimmt die Koerzitivfeldstärke  $H_c$  des ferrimagnetischen Materials ab. Unterschreitet dabei die Koerzitivfeldstärke  $H_c$  bei einer von dem jeweils verwendeten Material abhängigen kritischen Temperatur die Feldstärke des externen oder des intrinsischen Magnetfeldes, so wird der betreffende Bereich ummagnetisiert.

Im Bedarfsfalle können die eingeschriebenen Daten durch gezieltes lokales Erhitzen der Aufzeichnungsschicht (B) z. B. mittels eines Laserstrahls bei gleichzeitiger Einwirkung eines externen oder eines intrinsischen magnetischen Felds, dessen Feldlinien senkrecht zur Schichtoberfläche ausgerichtet sind, wieder gelöscht werden, wonach man erneut in der vorstehend beschriebenen Weise Daten einschreiben kann. D. h. der Schreibvorgang ist reversibel.

Für das Lesen der thermisch veränderten Bereiche verwendet man linear polarisiertes Licht eines kontinuierlich emittierenden Dauerstrichlasers, dessen Lichtleistung nicht dazu ausreicht, das Material über die kritische Temperatur hinaus zu erwärmen. Dieser Laserstrahl wird entweder von der Aufzeichnungsschicht (B) selbst oder von einer hinter ihr angeordneten Reflexionsschicht reflektiert, wobei es zu einer Wechselwirkung zwischen den magnetischen Momenten in der Aufzeichnungsschicht (B) und dem magnetischen Vektor der Laserlichtwelle kommt. Durch diese Wechselwirkung wird die Ebene der Polarisation  $\vec{E}$  des Laserlichts, welches von einem "spot" oder von einer dahinter liegenden Reflexionsschicht reflektiert wird, gegenüber der ursprünglichen Ebene um einen kleinen Winkel gedreht. Geschieht diese Drehung der Ebene der Polarisation  $\vec{E}$  bei der Reflexion des Lichts an der Aufzeichnungsschicht (B) selbst, so bezeichnet man dies als Kerr-Effekt und den

Drehwinkel demnach als Kerr-Drehwinkel; wird dagegen die Ebene beim zweimaligen Durchgang des Lichts durch die Aufzeichnungsschicht gedreht, so spricht man vom Faraday-Effekt und vom Faraday-Drehwinkel.

Diese Drehung der Ebene der Polarisation  $\vec{E}$  des vom Aufzeichnungsmaterial reflektierten Laserlichts kann mit Hilfe geeigneter optischer und elektronischer Geräte gemessen und in Signale umgesetzt werden.

5 Aufzeichnungsschichten (B) dieser Art kennzeichnet man daher im allgemeinen mit dem Begriff "magneto-optisch".

10 Im Falle mehrschichtiger laseroptischer und magneto-optischer Datenplatten verwendet man im allgemeinen zum Schreiben und Lesen digitaler Daten die üblichen und bekannten Plattenlaufwerke. Ein solches Plattenlaufwerk enthält im wesentlichen einen Plattendrehsteller und einen laseroptischen Schreib- und Lesekopf, dazu noch mechanische Servoeinrichtungen zur Korrektur der Spurlage, Autofokussiereinrichtungen, optische Elemente zur Analyse von Spurlagen- und Autofokusfehlern, Detektoreinrichtungen mit vorgesetzten optischen Komponenten zur Erfassung des von den Datenplatten reflektierten Lichts des Leselaserstrahls sowie geeignete elektronische Bauteile. Üblicherweise enthält ein laseroptischer Schreib- und Lesekopf Laserdioden, welche Infrarotlicht emittieren, und aus Halbleitermaterialien wie GaAlAs bestehen. Darüber hinaus weist ein solcher Schreib- und Lesekopf im allgemeinen noch weitere geeignete optische Bauteile wie dielektrische Strahlteiler, Polarisationsstrahlteiler oder polarisationsunabhängige Strahlteiler sowie eine  $\lambda/4$ - oder  $\lambda/2$ -Platte auf.

15 Die besonderen Vorteile des erfundungsgemäßen Verfahrens werden in hervorragender Weise anhand der magneto-optischen Aufzeichnungsmaterialien deutlich.

20 Bekanntermaßen stellt man flächenförmige, mehrschichtige magneto-optische Aufzeichnungsmaterialien, welche

- 25 (A) einen optisch transparenten dimensionsstabilen Träger,
- (B) eine thermisch veränderbare, aus einer Lanthanid-Übergangsmetall-Legierung aufgebauten Aufzeichnungsschicht und mit
- (C) einer Aluminiumnitrid- und/oder Aluminiumsiliciumnitrid-Schicht auf einer oder auf beiden Seiten der Aufzeichnungsschicht (B),

aufweisen, durch ein Verfahren her, bei welchem man

- 30 (i) die einzelnen Schichten (B) und (C) auf dem Träger (A) in der gewünschten Reihenfolge, Anzahl und Dicke und mit dem jeweils gewünschten inneren Aufbau über die Gasphase aufbringt, wobei man
- (ii) die Schicht(en) (C) durch reaktive Kathodenerstäubung oder reaktive Magnetronkathodenerstäubung von Aluminium oder von Aluminium und Silicium in Vakuum in einer Edelgas und Stickstoff enthaltenden Prozeßgasatmosphäre erzeugt, wonach man
- 35 (iii) in der Aufzeichnungsschicht (B) eine definierte, senkrecht zu ihrer Oberfläche orientierte Magnetisierung induziert.

40 Hierbei erweist es sich von ganz besonderem Vorteil, wenn man zwecks Herstellung der Schicht(en) (C) das vorstehend im Detail beschriebene erfundungsgemäße Verfahren anwendet, wobei sich das Verfahren zwanglos und rationell in den Rahmen des Verfahrens zur Herstellung des flächenförmigen, mehrschichtigen magneto-optischen Aufzeichnungsmaterials einfügt.

45 Ein zusätzlicher Vorteil ergibt sich, wenn man zumindest auf der dem Träger (A) abgewandten und nach dem erfundungsgemäßen Verfahren hergestellten, dünnen röntgenamorphen Aluminiumnitrid- oder Aluminiumsiliciumnitrid-Schicht eine Oxidschicht (C') in an sich bekannter Weise erzeugt, wobei die Dicke der Oxidschicht (C') das 0,2- bis 0,8fache, insbesondere das 0,25- bis 0,75fache der Dicke der Schicht (C) ist.

50 Sofern die Dicke der Schicht (C') das 0,25- bis 0,75fache der Dicke der Schicht (C) ist, sind für den Aufbau der Schicht (C') die folgenden Oxide besonders gut geeignet:  $\text{Al}_2\text{O}_3$ ,  $\text{SiO}_2$ ,  $\text{SiO}$ ,  $\text{PbO}$ ,  $\text{Pb}_2\text{O}_3$ ,  $\text{SnO}_2$ ,  $\text{Y}_2\text{O}_3$ ,  $\text{TiO}_2$ ,  $\text{ZrO}_2$ ,  $\text{HfO}_2$ ,  $\text{MoO}_3$ ,  $\text{Nb}_2\text{O}_5$ ,  $\text{Ta}_2\text{O}_5$ ,  $\text{ThO}_2$  oder das Oxid, welches von der Elementzusammensetzung (I)

$$55 (\text{Al}_{x} \text{Si}_{1-x})_{1-z} (\text{M}^1, \text{M}^2, \text{M}^3)_z \quad (\text{I})$$

gebildet wird, worin die Indices und die Variablen die folgende Bedeutung haben:

55 M<sup>1</sup>, M<sup>2</sup> und M<sup>3</sup> Ti, Zr, Hf, Th, La, Ce, Pr, Nd, Sm, Eu, Gd, Tb, Dy, Ho, Er, Tm, Yb, Lu, V, Nb, Ta, Cr, Mo, W, Mn, Re, Fe, Co, Rh, Cu, Zn, Mg, Ca, Sr, Ba, B, In, Sn, Pb, P und Sb, mit den Maßgaben, daß M<sup>1</sup>, M<sup>2</sup> und M<sup>3</sup> voneinander verschieden sind oder daß sie gleich oder voneinander verschieden sind, wenn es sich bei M<sup>1</sup>, M<sup>2</sup> und M<sup>3</sup> um Lanthan oder ein Lanthanid handelt;

x 0 bis 1;

z r + s + t;

r 0,005 bis 0,1;

60 s 0,005 bis 0,15;

t 0 bis 0,005.

65 Vorteilhafte Träger (A) sind die üblichen und bekannten, scheibenförmigen, optisch klaren dimensionsstabilen Träger (A), eines Durchmessers von 90 oder 130 mm und einer Dicke von 1,2 mm. Sie bestehen im allgemeinen aus Glas oder aus Kunststoffen wie z. B. Polycarbonat, Polymethylmethacrylat, Polymethylpenten, Celluloseacetobutyrat oder aus Gemischen aus Poly-(vinylidenfluorid) und Polymethylmethacrylat oder Polystyrol und Poly(2,6-dimethylphen-1,4-yl-en-ether). Hiervon sind die Träger (A) aus Kunststoffen besonders vorteilhaft.

Diejenige Oberfläche des Trägers (A), welche der Aufzeichnungsschicht (B) zugekehrt ist, kann Strukturen aufweisen.

Die Strukturen in der Oberfläche des Trägers (A) liegen im Mikrometer- und/oder Submikrometer-Bereich. Sie dienen der exakten Führung des Leselaserstrahls und gewährleisten ein rasches und genaues Ansprechen der Spurlagenservo- und Autofokussiereinrichtung in den laseroptischen Schreib- und Leseköpfen der Plattenlaufwerke, d. h. sie ermöglichen oder verbessern das "tracking". Außerdem können diese Strukturen selbst Daten sein, so wie dies beispielsweise bei den bekannten Audio- oder Video-Kompakt-Disks der Fall ist, oder sie können der Codierung der eingeschriebenen Daten dienen. Die Strukturen bestehen aus erhabenen Teilen und/oder Vertiefungen. Diese liegen in der Form von durchgehenden konzentrischen oder spiralförmigen Spurrillen oder als isolierte Hügel und/oder Löcher vor. Außerdem kann die Struktur eine mehr oder weniger glatte Wellenform haben. Den Spurrillen wird hierbei der Vorzug gegeben. Sie weisen in ihrer Querrichtung eine rechteckige sägezahnartige, eine V-förmige oder eine trapezartige Kontur auf. Ihre Vertiefungen werden im allgemeinen als "grooves" und ihre erhabenen Teile als "land" bezeichnet. Von besonderem Vorteil sind Spurrillen mit 50 bis 200 nm tiefen und 0,4 bis 0,8 µm breiten "grooves", zwischen denen jeweils ein 1 bis 3 µm breites "land" liegt.

Vorteilhafte magneto-optische Aufzeichnungsschichten (B) enthalten im wesentlichen eine amorphe Lanthanid-Übergangsmetall-Legierung. Diese Aufzeichnungsschichten (B) sind im allgemeinen 10 bis 500 nm dick. Für den Aufbau der Aufzeichnungsschichten (B) kommen die Lanthanide Praseodym, Neodym, Samarium, Europium, Gadolinium, Terbium, Dysprosium und Holmium und die Übergangsmetalle Eisen und Kobalt in Betracht. Geeignete Mischungsverhältnisse von Lanthaniden zu Übergangsmetallen sind vom Stand der Technik her bekannt. Darüber hinaus kann die amorphe Lanthanid-Übergangsmetall-Legierung noch weitere Elemente wie Scandium, Yttrium, Lanthan, Vanadin, Niob, Tantal, Chrom, Molybdän, Wolfram, Mangan, Nickel, Rhenium, Ruthenium, Osmium, Rhodium, Iridium, Palladium, Platin, Kupfer, Silber, Gold, Zink, Bor, Aluminium, Gallium, Indium, Silicium, Germanium, Zinn, Blei, Phosphor, Arsen, Antimon und/oder Wismut in üblichen und bekannten Mengen enthalten.

Darüber hinaus kann das magneto-optische Aufzeichnungsmaterial weitere Schichten enthalten, welche für die Funktion des Aufzeichnungsmaterials von Nutzen sind. Hierbei handelt es sich um die üblichen und bekannten Interferenzschichten, Reflexionsschichten, Antikorrosionsschichten, Haftsichten oder um weitere magnetisierbare Schichten. Außerdem können zwei magneto-optische Aufzeichnungsmaterialien "sandwich"-artig miteinander verbunden werden, so daß ihre Aufzeichnungsschichten (B) einander zugekehrt sind und ein gewisser Abstand zwischen ihnen herrscht, wobei die üblichen und bekannten Techniken zum Verbinden zweier Aufzeichnungsmaterialien angewandt werden.

Die flächenförmigen, mehrschichtigen magneto-optischen Aufzeichnungsmaterialien, welche eine oder zwei der in erfundungsgemäßer Verfahrensweise erzeugten Schicht(en) (C) enthalten, können in der üblichen Weise von der Seite des optisch transparenten Trägers (A) her mit Hilfe eines impulsmodulierten, auf die Aufzeichnungsschichten (B) fokussierten und/oder senkrecht auf diese auftreffenden Schreiblaserstrahls einer Wellenlänge  $\lambda$  von kleiner als 1000 nm mit Daten in Form unmagnetisierter "spots" beschrieben werden. Hiernach können die Daten mit Hilfe eines auf die beschriebenen Aufzeichnungsschichten (B) fokussierten und/oder senkrecht auf sie auftreffenden Dauerstrichlaserstrahls gelesen werden, wobei man das von den Aufzeichnungsschichten (B) selbst oder das von den gegebenenfalls vorhandenen Reflexionsschichten reflektierte Licht erfäßt, analysiert und in Signale umwandelt. Im Falle der Datenplatten können hierfür die üblichen und bekannten laseroptischen Plattenlaufwerke mit laseroptischen Köpfen, welche Halbleiterlaser enthalten, verwendet werden.

Dabei weisen die flächenförmigen, mehrschichtigen magneto-optischen Aufzeichnungsmaterialien, welche eine oder zwei der in erfundungsgemäßer Verfahrensweise erzeugten Schicht(en) (C) enthalten, gegenüber dem Stand der Technik besondere Vorteile auf. So haben sie eine höhere Empfindlichkeit als bekannte Aufzeichnungsmaterialien, weswegen sie mit geringerer Laserleistung beschrieben werden können. In der Form magneto-optischer Datenplatten (Disks) können sie daher – bei gleicher Laserleistung – bei höheren Plattendrehzahlen beschrieben werden als bekannte Disks. Auch ihre Bitdichte ist gegenüber dem Stand der Technik deutlich erhöht. Beim Lesen liefern sie unverzerrte Signale und weisen ein Signal-Rausch-Verhältnis von mehr als 55 dB auf. Selbst nach einer Lagerzeit von mehr als 1000 Stunden bei 70°C und einer relativen Luftfeuchtigkeit von 90% kommt es nicht zu einer Erhöhung der Bitfehlerrate ("bit error rate"), d. h. es tritt kein Informationsverlust auf.

Darüber hinaus sind die in den mehrschichtigen, flächenförmigen magneto-optischen Aufzeichnungsmaterialien enthaltenen, in erfundungsgemäßer Verfahrensweise hergestellten, dünnen röntgenamorphen Aluminiumnitrid- und/oder Aluminiumsiliciumnitrid-Schichten (C) kratzfest, haftfest, mechanisch fest und nicht spröde. Dienen diese Schichten (C) als Antikorrosionsschichten, so schirmen sie die äußerst luft- und wasserempfindlichen Aufzeichnungsschichten (B) hervorragend ab. Werden sie als Interferenzschichten zwischen den Trägern (A) und den Aufzeichnungsschichten (B) verwendet, so sind sie in ihrer optischen Anpassungswirkung den in üblicher und bekannter Weise hergestellten Interferenzschichten überlegen. Hinzu kommt noch, daß auch in dieser Funktion die in erfundungsgemäßer Verfahrensweise hergestellten Schichten (C) ihre hervorragende Korrosionsschutzwirkung entfalten und dadurch zu der besonders langen Lebensdauer der betreffenden flächenförmigen, mehrschichtigen magneto-optischen Aufzeichnungsmaterialien wesentlich beitragen.

#### Beispiele

#### Beispiele 1 bis 7

Die Herstellung dünner röntgenamorpher Aluminiumnitrid- und Aluminiumsiliciumnitrid-Schichten nach dem erfundungsgemäßen Verfahren und die anwendungstechnischen Eigenschaften der so erhaltenen Schichten (C)

## Versuchsvorschrift

Die Herstellung dünner röntgenamorpher Aluminiumnitrid- und Aluminiumsiliciumnitrid-Schichten (C) nach dem erfundungsgemäßen Verfahren wurde im Rahmen der Herstellung magneto-optischer Datenplatten und somit praxisgerecht durchgeführt. Der besondere technische Effekt des erfundungsgemäßen Verfahrens trat hiernach anhand der vorteilhaften Eigenschaften der Aufzeichnungsmaterialien besonders deutlich zu Tage.

Als Träger (A) wurden sieben 130 mm durchmessende, 1,2 mm dicke, mit Spurillen versehene Scheiben aus einem Gemisch aus Polystyrol und Poly(2,6-dimethylphen-1,4-ylen-ether) verwendet.

Auf die mit Spurillen versehene Seite der 7 Scheiben (A) wurden unter Drehen der Scheiben (A) die einzelnen Schichten (B) und (C) in der gewünschten Anzahl, Reihenfolge und Dicke und mit dem jeweils gewünschten inneren Aufbau aus der Gasphase aufgebracht.

Dabei erfolgte zunächst das Aufbringen der röntgenamorphen Interferenzschicht (C) aus Aluminiumsiliciumnitrid auf der Oberfläche der Träger (A) durch reaktive Magnetronkathodenzerstäubung eines Aluminium/Silicium- "targets", wobei das erfundungsgemäße Verfahren zum Tragen kam. Hierbei wurden die folgenden Verfahrensbedingungen angewandt.

## Beispiel 1

$10^{-3}$  mbar Xenon,  $2 \cdot 10^{-4}$  mbar N<sub>2</sub>, Abscheiderate:  $1 \text{ nm} \cdot \text{s}^{-1}$ ,  $P = 1 \text{ kW}$ ;

## Beispiel 2

$10^{-3}$  mbar Xenon,  $4 \cdot 10^{-4}$  mbar Neon,  $2 \cdot 10^{-4}$  mbar N<sub>2</sub>,  $8 \cdot 10^{-5}$  mbar H<sub>2</sub>, Abscheiderate:  $1,3 \text{ nm} \cdot \text{s}^{-1}$ ,  $P = 1,3 \text{ kW}$ ;

## Beispiel 3

$10^{-3}$  mbar Xenon,  $5 \cdot 10^{-4}$  mbar Krypton,  $2,5 \cdot 10^{-4}$  mbar N<sub>2</sub>, Abscheiderate:  $0,9 \text{ nm} \cdot \text{s}^{-1}$ ,  $P = 1 \text{ kW}$ ;

## Beispiel 4

$2 \cdot 10^{-3}$  mbar Xenon,  $2 \cdot 10^{-4}$  mbar Neon,  $2 \cdot 10^{-4}$  mbar Krypton,  $3 \cdot 10^{-4}$  mbar N<sub>2</sub>, Abscheiderate:  $1,1 \text{ nm} \cdot \text{s}^{-1}$ ,  $P = 1,4 \text{ kW}$ ;

## Beispiel 5

$2 \cdot 10^{-3}$  mbar Xenon,  $10^{-4}$  mbar Neon,  $10^{-4}$  mbar Krypton,  $4,2 \cdot 10^{-4}$  mbar N<sub>2</sub>,  $4,2 \cdot 10^{-5}$  mbar H<sub>2</sub>, Abscheiderate:  $1,5 \text{ nm} \cdot \text{s}^{-1}$ ,  $P = 1,5 \text{ kW}$ ;

## Beispiel 6

$10^{-3}$  mbar Krypton,  $2 \cdot 10^{-4}$  mbar N<sub>2</sub>,  $1,6 \cdot 10^{-5}$  mbar H<sub>2</sub>, Abscheiderate:  $1,4 \text{ nm} \cdot \text{s}^{-1}$ ,  $P = 1,5 \text{ kW}$ .

## Beispiel 7

$10^{-3}$  mbar Krypton,  $10^{-3}$  mbar Neon,  $4,7 \cdot 10^{-4}$  mbar N<sub>2</sub>, Abscheiderate:  $1,6 \text{ nm} \cdot \text{s}^{-1}$ ,  $P = 1,6 \text{ kW}$ .

Hiernach wurden die aus einer TbDyFe-Legierung bestehenden, amorphen magneto-optischen Aufzeichnungsschichten (B) durch Magnetronkathodenzerstäubung eines TbDyFe- "targets" auf der Oberfläche der Interferenzschichten (C) in üblicher und bekannter Weise hergestellt.

Auf die Oberfläche der Aufzeichnungsschichten (B) wurden anschließend die Antikorrosionsschichten (C) aus röntgenamorphem Aluminiumnitrid (Beispiele 1 bis 3 und 7) oder aus Aluminiumsiliciumnitrid (Beispiele 4 bis 6) nach dem erfundungsgemäßen Verfahren aufgebracht, wobei auch hier bei den einzelnen Beispielen die vorstehend angegebenen jeweiligen Verfahrensbedingungen für die Herstellung der Schichten (C) angewandt wurden.

Bei Beispiel 3 wurde auf die Oberfläche der Antikorrosionsschicht (C) noch eine Tantaloxidschicht (C') und bei Beispiel 4 eine Titandioxidschicht (C') in üblicher und bekannter Weise durch reaktive Magnetronkathodenzerstäubung in einer Argon und Sauerstoff enthaltenden Prozeßgasatmosphäre aufgebracht.

Bei den Verfahren zur Herstellung der magneto-optischen Datenplatten wurden die Verfahrensbedingungen insgesamt so gewählt, daß die in der Tabelle 1 angegebene Zusammensetzung der Datenplatten 1 bis 7 resultierte.

Zur Überprüfung des Verfahrenserfolgs und zu analytischen Zwecken wurden weitere 7 magneto-optische Datenplatten unter jeweils exakt vergleichbaren Bedingungen hergestellt (Beispiele 1a bis 7a). Anhand dieser Datenplatten wurden die Morphologie und die stoffliche Zusammensetzung der nach dem erfundungsgemäßen Verfahren hergestellten neuen Schichten (C) mittels üblicher und bekannter, z. T. materialabbauber Analysemethoden wie chemische Elementaranalyse, Lichtmikroskopie, Rasterelektronenmikroskopie, Röntgenspektroskopie, Röntgenstreuung oder -beugung, ESCA (Elektronenspektroskopie für die chemische Analyse) und Flammenphotometrie untersucht. Des weiteren wurde anhand üblicher und bekannter zerstörungsfreier optischer und spektroskopischer Methoden verifiziert, daß die jeweiligen Schichten (C) der Beispieldpaare (1, 1a) bis

# OS 38 03 014

(7, 7a) jeweils miteinander identisch waren, so daß die anhand der Beispiele 1a bis 7a ermittelten stofflichen und morphologischen Parameter in die Tabelle 1 miteinfließen konnten.

Die Aufzeichnungsschichten (B) der magneto-optischen Datenplatten der Beispiele 1 bis 7 wurden unmittelbar nach ihrer Herstellung senkrecht zu ihrer Oberfläche magnetisiert. Anschließend wurden die Datenplatten während 48 Stunden bei  $23 \pm 2^\circ\text{C}$  bei einem Luftdruck von  $103 \pm 3,5 \text{ kPa}$  und bei einer relativen Luftfeuchtigkeit von 45 bis 55% konditioniert.

Hier nach wurden die konditionierten Datenplatten mit Hilfe eines üblichen und bekannten Plattenlaufwerks unter exakt vergleichbaren Bedingungen mit Daten beschrieben. Hierzu verwendete man einen impulsmodulierten GaAlAs-Halbleiterlaser, welche linear polarisiertes Licht der Wellenlänge  $\lambda = 830 \text{ nm}$  emittierte. Sowohl die Bitlänge, d. h. der Durchmesser der ummagnetisierbaren "spots" als auch der Bitabstand, d. h. der Abstand von "spot" zu "spot", lagen bei etwa 1  $\mu\text{m}$ .

Für das Lesen der eingeschriebenen Daten über den Kerr-Effekt verwendete man den GaAlAs-Halbleiterlaser in Dauerstrichbetrieb mit einer Lichtleistung von kleiner als 1 mW. Die unkorrigierte Bitfehlerrate wurde in üblicher und bekannter Weise mittels eines Zeitintervall-Analysators ("time interval analyzer", TIA) bestimmt.

Die Datenplatten wurden zunächst unmittelbar nach dem Beschreiben gelesen (1. Lesen). Hier nach wurden die Datenplatten dem für magneto-optische Aufzeichnungsmaterialien typischen "beschleunigten Lebensdauertest" bei 60, 70 und  $80^\circ\text{C}$  bei einer relativen Luftfeuchtigkeit von 90% unterworfen und hier nach erneut gelesen (2. Lesen). Aus den hierbei erhaltenen unkorrigierten Bitfehlerraten und aus der licht- und rasterelektronenmikroskopischen Begutachtung der Aufzeichnungsschichten (B) der Datenplatten wurde deren Lebensdauer unter normalen Bedingungen ( $30^\circ\text{C}$ , 90% rel. Luftfeuchtigkeit) abgeschätzt. Die betreffenden Ergebnisse finden sich in der Tabelle 2.

## Vergleichsversuche V1 bis V7

Die Herstellung dünner Aluminiumnitrid- und Aluminumsiliciumnitrid-Schichten nach einem bekannten Verfahren und die anwendungstechnischen Eigenschaften der so erhaltenen Schichten (C)

### Versuchsvorschrift

Die Beispiele 1 bis 7 wurden wiederholt mit dem Unterschied, daß die Schichten (C) nach einem bekannten Verfahren der reaktiven Magnetronkathodenzerstäubung hergestellt wurden. Dabei wurden folgende Verfahrensbedingungen angewandt.

## Vergleichsversuche V1 bis V7

Prozeßgas:  $4 \cdot 10^{-3} \text{ mbar}$  Argon,  $1 \cdot 10^{-3} \text{ mbar}$  N<sub>2</sub>; Abscheiderate:  $1 \text{ nm} \cdot \text{s}^{-1}$ ;  $P = 1,5 \text{ kW}$ .

Die Verfahrensbedingungen wurden insgesamt so gewählt, daß sich die in der Tabelle 1 mitaufgeführte Zusammensetzung der Vergleichsplatten V1 bis V7 ergab. Die an den Vergleichsplatten V1 bis V7 ermittelten Versuchsergebnisse werden in der Tabelle 2 denjenigen aus den Beispielen 1 bis 7 gegenübergestellt.

Hierbei können

- Beispiel 1 mit Vergleichsversuch V1,
- Beispiel 2 mit Vergleichsversuch V2,
- Beispiel 3 mit Vergleichsversuch V3,
- Beispiel 4 mit Vergleichsversuch V4,
- Beispiel 5 mit Vergleichsversuch V5,
- Beispiel 6 mit Vergleichsversuch V6 und
- Beispiel 7 mit Vergleichsversuch V7

direkt verglichen werden.

Der Vergleich zeigt in unmißverständlicher Weise, daß die magneto-optischen Datenplatten, welche die in erfundengemäßer Weise hergestellten Schichten (C) enthielten (Beispiele 1 bis 7), den magneto-optischen Datenplatten, welche lediglich die in bekannter Weise hergestellten Schichten (C) enthielten (Vergleichsversuche V1 bis V7), eindeutig überlegen waren. Dies untermauert, daß das erfundengemäße Verfahren einen besonderen unerwarteten technischen Effekt zur Folge hat, welcher sogar noch im Rahmen eines umfassenden Verfahrens (Herstellung magneto-optischer Datenplatten) in hervorragender Weise deutlich wird.

Tabelle 1

Herstellung und Zusammensetzung magneto-optischer Datenplatten mit in erfundengemäßer Verfahrensweise hergestellten (Beispiele 1 bis 7) und mit in bekannter Weise hergestellten (Vergleichsversuche (V1 bis V7)) Schichten (C)

	Interferenzschicht (C) (nm)	Aufzeichnungs-schicht (B) (nm)	Antikorrasionsschicht (C) (nm)	Oxidschicht (C') (nm)
<b>Beispiel Nr.</b>				
1	Aluminiumsiliciumnitrid röntgenamorph (100)	TbDyFe (80)	Aluminumnitrid röntgenamorph (100)	-
2	Aluminiumsiliciumnitrid röntgenamorph (80)	TbDyFe (90)	Aluminumnitrid röntgenamorph (110)	-
3	Aluminiumsiliciumnitrid röntgenamorph (75)	TbDyFe (80)	Aluminumnitrid röntgenamorph (100)	Ta <sub>2</sub> O <sub>5</sub> polykristallin (25)
4	Aluminiumsiliciumnitrid röntgenamorph (95)	TbDyFe (85)	Aluminiumsiliciumnitrid röntgenamorph (120)	Ti <sub>2</sub> O <sub>5</sub> polykristallin (70)
5	Aluminiumsiliciumnitrid röntgenamorph (90)	TbDyFe (95)	Aluminiumsiliciumnitrid röntgenamorph (115)	-
6	Aluminiumsiliciumnitrid röntgenamorph (85)	TbDyFe (90)	Aluminiumsiliciumnitrid röntgenamorph (120)	-
7	Aluminiumsiliciumnitrid röntgenamorph (80)	TbDyFe (85)	Aluminumnitrid röntgenamorph (105)	-
<b>Vergleichs-versuche</b>				
V 1	Aluminiumsiliciumnitrid semiamorph (75)	TbDyFe (80)	Aluminumnitrid polykristallin (100)	-
V 2	Aluminiumsiliciumnitrid semiamorph mit polykristallinen Bereichen (80)	TbDyFe (90)	Aluminumnitrid polykristallin (110)	-
V 3	Aluminiumsiliciumnitrid semiamorph mit polykristallinen Bereichen (75)	TbDyFe (80)	Aluminumnitrid polykristallin (100)	Ta <sub>2</sub> O <sub>5</sub> polykristallin (25)
V 4	Aluminiumsiliciumnitrid röntgenamorph (85)	TbDyFe (85)	Aluminiumsiliciumnitrid polykristallin (120)	Ti <sub>2</sub> O <sub>5</sub> polykristallin (70)
V 5	Aluminiumsiliciumnitrid semiamorph (90)	TbDyFe (95)	Aluminiumsiliciumnitrid polykristallin (115)	-
V 6	Aluminiumsiliciumnitrid semiamorph (85)	TbDyFe (90)	Aluminiumsiliciumnitrid polykristallin (120)	-
V 7	Aluminiumsiliciumnitrid röntgenamorph (80)	TbDyFe (85)	Aluminumnitrid polykristallin (105)	-

Tabelle 2

## Versuchsergebnisse

	Bitfehlerrate (unkorrigiert) 1. Lesen	Bitfehlerrate (unkorrigiert) 2. Lesen	Lebensdauer (Jahre)	Lochfraß- korrosion <sup>a)</sup>	
<b>Beispiel</b>					5
1	$10^{-5}$	$10^{-5}$	15	nein	
2	$< 10^{-5}$	$10^{-5}$	15	nein	10
3	$< 10^{-5}$	$< 10^{-5}$	$> 15$	nein	
4	$< 10^{-5}$	$< 10^{-5}$	$> 15$	nein	
5	$< 10^{-5}$	$< 10^{-5}$	$> 15$	nein	
6	$< 10^{-5}$	$< 10^{-5}$	$> 15$	nein	
7	$< 10^{-5}$	$< 10^{-5}$	$> 15$	nein	15
<b>Vergleichs- versuche</b>					
V1	$10^{-5}$	$3 \cdot 10^{-4}$	$10-11$	ja	
V2	$10^{-5}$	$7 \cdot 10^{-4}$	12	ja	20
V3	$10^{-5}$	$8 \cdot 10^{-4}$	12	nein	
V4	$10^{-5}$	$8 \cdot 10^{-4}$	12	nein	
V5	$10^{-5}$	$6 \cdot 10^{-4}$	$10-11$	ja	
V6	$10^{-5}$	$4 \cdot 10^{-4}$	$10-11$	ja	
V7	$10^{-5}$	$2 \cdot 10^{-4}$	$10-11$	ja	25

<sup>a)</sup> lichtmikroskopische und rasterelektronenmikroskopische Untersuchung.

## Patentansprüche

1. Verfahren zur Herstellung einer dünnen röntgenamorphen Aluminiumnitrid- oder Aluminiumsiliciumnitrid-Schicht auf einer Oberfläche durch reaktive Kathodenerstreuung oder reaktive Magnetronkathodenerstreuung von Aluminium oder von Aluminium und Silicium im Vakuum in einer Edelgas und Stickstoff enthaltenden Prozeßgasatmosphäre und durch Abscheiden der betreffenden Nitridschicht aus der Gasphase, dadurch gekennzeichnet, daß man hierbei

- (a) als Edelgas Xenon, Neon oder Krypton oder alternativ
- (b) ein Gemisch von Xenon mit Neon und/oder Krypton oder von Neon mit Krypton verwendet, wobei
- (c) das Volumenverhältnis des Edelgases (a) oder des Edelgasgemisches (b) zu Stickstoff bei 2 : 1 bis 10 : 1 liegt.

2. Verfahren zur Herstellung einer dünnen röntgenamorphen Aluminiumnitrid- oder Aluminiumsiliciumnitrid-Schicht auf einer Oberfläche nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß das Volumenverhältnis (c) des Edelgases (a) oder des Edelgasgemisches (b) zu Stickstoff bei 3,5 : 1 bis 6,5 : 1 liegt.

3. Verfahren zur Herstellung einer dünnen röntgenamorphen Aluminiumnitrid- oder Aluminiumsiliciumnitrid-Schicht auf einer Oberfläche nach Anspruch 1 oder 2, dadurch gekennzeichnet, daß das Prozeßgas Wasserstoff enthält.

4. Verfahren zur Herstellung einer dünnen röntgenamorphen Aluminiumnitrid- oder Aluminiumsiliciumnitrid-Schicht auf einer Oberfläche nach Anspruch 3, dadurch gekennzeichnet, daß das Volumenverhältnis (c) von Stickstoff zu Wasserstoff bei 2 : 1 bis 20 : 1 liegt.

5. Dünn röntgenamorphe Aluminiumnitrid- oder Aluminiumsiliciumnitrid-Schicht, herstellbar nach einem der Ansprüche 1 bis 4.

6. Verwendung der nach einem der Ansprüche 1 bis 4 hergestellten, dünnen röntgenamorphen Aluminiumnitrid- oder Aluminiumsiliciumnitrid-Schichten als elektrische Isolationsschicht.

7. Verwendung der nach einem der Ansprüche 1 bis 4 hergestellten, dünnen röntgenamorphen Aluminiumnitrid- oder Aluminiumsiliciumnitrid-Schichten als Lichtwellenleiter.

8. Verwendung der nach einem der Ansprüche 1 bis 4 hergestellten, dünnen röntgenamorphen Aluminiumnitrid- oder Aluminiumsiliciumnitrid-Schichten als Leiter für akustische Wellen.

9. Verwendung der nach einem der Ansprüche 1 bis 4 hergestellten, dünnen röntgenamorphen Aluminiumnitrid- oder Aluminiumsiliciumnitrid-Schichten als Schutzschichten für integrierte Schaltkreise.

10. Verwendung der nach einem der Ansprüche 1 bis 4 hergestellten, dünnen röntgenamorphen Aluminiumnitrid- oder Aluminiumsiliciumnitrid-Schichten als Interferenz- und/oder Schutzschichten in flächenförmigen, mehrschichtigen laseroptischen oder magneto-optischen Aufzeichnungsmaterialien.

11. Verfahren zur Herstellung eines flächenförmigen, mehrschichtigen magneto-optischen Aufzeichnungsmaterials mit

- (A) einem optisch transparenten dimensionsstabilen Träger,
- (B) einer thermisch veränderbaren, aus einer Lanthanid-Übergangsmetall-Legierung aufgebauten Aufzeichnungsschicht und mit

(C) einer Aluminiumnitrid- und/oder Aluminiumsiliciumnitrid-Schicht auf einer oder auf beiden Seiten der Aufzeichnungsschicht (B),  
 bei welchem man

- (i) die einzelnen Schichten (B) und (C) auf dem Träger (A) in der gewünschten Reihenfolge, Anzahl und Dicke und mit dem jeweils gewünschten inneren Aufbau über die Gasphase aufbringt, wobei man
- (ii) die Schicht(en) (C) durch reaktive Kathodenzerstäubung oder reaktive Magnetronkathodenzerstäubung von Aluminium oder von Aluminium und Silicium im Vakuum in einer Edelgas und Stickstoff enthaltenden Prozeßgasatmosphäre erzeugt, wonach man
- (iii) in der Aufzeichnungsschicht (B) eine definierte, senkrecht zu ihrer Oberfläche orientierte Magnetisierung induziert.

dadurch gekennzeichnet, daß man bei der Erzeugung der Schicht(en) (C)

- (a) als Edelgas Xenon, Neon oder Krypton oder alternativ
- (b) ein Gemisch von Xenon mit Neon und/oder Krypton oder von Neon mit Krypton verwendet, wobei
- (c) das Volumenverhältnis des Edelgases (a) oder des Edelgasgemisches (b) zu Stickstoff bei 2 : 1 bis 10 : 1 liegt.

12. Verfahren zur Herstellung eines flächenförmigen, mehrschichtigen magneto-optischen Aufzeichnungsmaterials nach Anspruch 11, dadurch gekennzeichnet, daß das Volumenverhältnis (c) des Edelgases (a) oder des Edelgasgemisches (b) zu Stickstoff bei 3,5 : 1 bis 6,5 : 1 liegt.

13. Verfahren zur Herstellung eines flächenförmigen, mehrschichtigen magneto-optischen Aufzeichnungsmaterials nach Anspruch 11 oder 12, dadurch gekennzeichnet, daß das Prozeßgas Wasserstoff enthält.

14. Verfahren zur Herstellung eines flächenförmigen, mehrschichtigen magneto-optischen Aufzeichnungsmaterials nach Anspruch 13, dadurch gekennzeichnet, daß das Volumenverhältnis (d) von Stickstoff zu Wasserstoff bei 2 : 1 bis 20 : 1 liegt.

15. Verfahren zur Herstellung eines flächenförmigen, mehrschichtigen magneto-optischen Aufzeichnungsmaterials nach einem der Ansprüche 11 bis 14, dadurch gekennzeichnet, daß man zumindest auf der dem Träger (A) abgewandten Schicht (C) eine Oxidschicht (C') erzeugt, deren Dicke das 0,2- bis 0,8fache der Dicke der Schicht (C) ist.

16. Verfahren zur Herstellung eines flächenförmigen, mehrschichtigen magneto-optischen Aufzeichnungsmaterials nach Anspruch 15, dadurch gekennzeichnet, daß die Dicke der Oxidschicht (C') das 0,25- bis 0,75fache der Dicke der Schicht (C) ist, wobei man als Oxid  $\text{Al}_2\text{O}_3$ ,  $\text{SiO}_2$ ,  $\text{SiO}$ ,  $\text{PbO}$ ,  $\text{Pb}_2\text{O}_3$ ,  $\text{SnO}_2$ ,  $\text{Y}_2\text{O}_3$ ,  $\text{TiO}_2$ ,  $\text{ZrO}_2$ ,  $\text{HfO}_2$ ,  $\text{MoO}_3$ ,  $\text{Nb}_2\text{O}_5$ ,  $\text{Ta}_2\text{O}_5$ ,  $\text{ThO}_2$  oder ein Oxid, welches von der Elementarzusammensetzung (I)

$$(\text{Al}_x \text{Si}_{1-x})_{1-z} (\text{M}^1, \text{M}^2, \text{M}^3)_z \quad (\text{I})$$

gebildet wird, worin die Indices und die Variablen die folgende Bedeutung haben:  
 $\text{M}^1$ ,  $\text{M}^2$  und  $\text{M}^3$  Ti, Zr, Hf, Th, La, Ce, Pr, Nd, Sm, Eu, Gd, Tb, Dy, Ho, Er, Tm, Yb, Lu, V, Nb, Ta, Cr, Mo, W, Mn, Re, Fe, Co, Rh, Cu, Zn, Mg, Ca, Sr, Ba, B, In, Sn, Pb, P und Sb, mit den Maßgaben, daß  $\text{M}^1$ ,  $\text{M}^2$  und  $\text{M}^3$  voneinander verschieden sind oder daß sie gleich oder voneinander verschieden sind, wenn es sich bei  $\text{M}^1$ ,  $\text{M}^2$  und  $\text{M}^3$  um Lanthan oder ein Lanthanid handelt;

$x$  0 bis 1;  
 $z$   $r + s + t$ ;  
 $r$  0,005 bis 0,1;  
 $s$  0,005 bis 0,15;  
 $t$  0 bis 0,005,  
 verwendet.

17. Flächenförmiges mehrschichtiges magneto-optisches Aufzeichnungsmaterial, herstellbar gemäß einem der Ansprüche 11 bis 16.

18. Verwendung des gemäß einem der Ansprüche 11 bis 16 hergestellten, flächenförmigen, mehrschichtigen magneto-optischen Aufzeichnungsmaterials für das reversible magneto-optische Schreiben und Lesen von Daten.

55

60

65

**This Page is Inserted by IFW Indexing and Scanning  
Operations and is not part of the Official Record**

**BEST AVAILABLE IMAGES**

Defective images within this document are accurate representations of the original documents submitted by the applicant.

Defects in the images include but are not limited to the items checked:

**BLACK BORDERS**

**IMAGE CUT OFF AT TOP, BOTTOM OR SIDES**

**FADED TEXT OR DRAWING**

**BLURRED OR ILLEGIBLE TEXT OR DRAWING**

**SKEWED/SLANTED IMAGES**

**COLOR OR BLACK AND WHITE PHOTOGRAPHS**

**GRAY SCALE DOCUMENTS**

**LINES OR MARKS ON ORIGINAL DOCUMENT**

**REFERENCE(S) OR EXHIBIT(S) SUBMITTED ARE POOR QUALITY**

**OTHER:** \_\_\_\_\_

**IMAGES ARE BEST AVAILABLE COPY.**

**As rescanning these documents will not correct the image problems checked, please do not report these problems to the IFW Image Problem Mailbox.**